

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2000193597
PUBLICATION DATE : 14-07-00

APPLICATION DATE : 24-12-98
APPLICATION NUMBER : 10367344

APPLICANT : SUMITOMO METAL IND LTD;

INVENTOR : YANAI TATSURO;

INT.CL. : G01N 21/88 H01L 21/66

TITLE : METHOD FOR INSPECTING SURFACE OF SILICON WAFER

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To simply and rapidly judge whether or not the deterioration of the quality characteristics of a silicon wafer is caused by heavy metal impurities or to make speciable the kind of a heavy metal impurity element when the deterioration of quality characteristics is caused by heavy metal impurities.

SOLUTION: The method for inspecting the surface of a silicon wafer includes a process for washing the surface of a silicon wafer in which a known heavy metal is preliminarily diffused, a process for detecting the bright point on the surface of the silicone wafer by a foreign matter inspecting device, a process for preliminarily observing the shape of the bright point by a microscope or the like, a process for washing the surface of a silicon wafer to be inspected, a process for detecting the bright point on the surface of the silicon wafer by the foreign matter inspecting device and a process for comparing the shape of the bright point caused by the heavy metal on the surface of the silicon wafer having the heavy metal preliminarily diffused therein with the shape of the bright point on the surface of the silicon wafer to be inspected to specify the kind of the heavy metal element present in the surface of the silicon wafer to be inspected.

COPYRIGHT: (C)2000,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-193597

(P2000-193597A)

(43) 公開日 平成12年7月14日 (2000.7.14)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
G 0 1 N 21/88		G 0 1 N 21/88	6 4 5 A 2 G 0 5 1
H 0 1 L 21/66		H 0 1 L 21/66	J 4 M 1 0 6

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-367344

(22) 出願日 平成10年12月24日 (1998. 12. 24)

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 宮崎 守正

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地

住友金属工業株式会社シチックス事業本部
内

(72) 発明者 宮崎 澄夫

佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地

住友金属工業株式会社シチックス事業本部
内

(74) 代理人 100096080

弁理士 井内 龍二

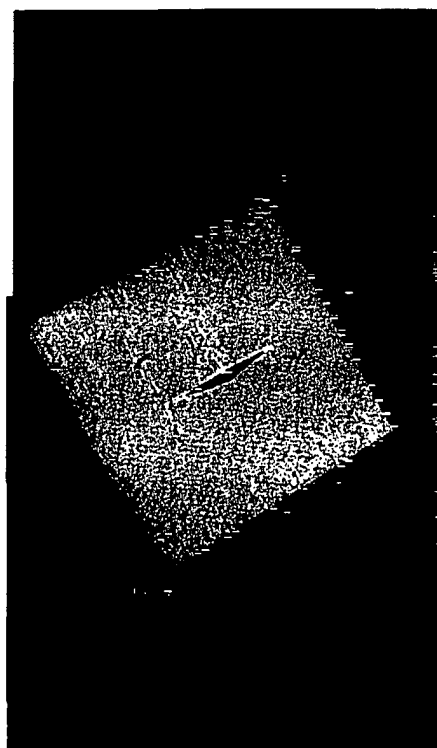
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコンウェーハ表面の検査方法

(57) 【要約】

【課題】 シリコンウェーハ品質特性の劣化原因が重金属不純物にあるか否かの判定、あるいは特性の劣化原因が重金属不純物にある場合はこの重金属不純物元素の種類の特定を簡易かつ迅速に行うことができるシリコンウェーハ表面の検査方法を提供すること。

【解決手段】 シリコンウェーハ表面の検査方法に、予め既知の重金属を拡散させておいたシリコンウェーハ表面を洗浄する工程、異物検査装置によりシリコンウェーハ表面における輝点を検出する工程、該輝点の形状を顕微鏡等によって観察しておく工程、被検査用のシリコンウェーハ表面を洗浄する工程、異物検査装置によりシリコンウェーハ表面における輝点を検出する工程、該輝点の形状を顕微鏡等によって観察する工程、重金属を拡散させておいたシリコンウェーハ表面における重金属に起因する輝点の形状と、被検査用のシリコンウェーハ表面における輝点の形状とを比較することにより、被検査用のシリコンウェーハ表面に存在する重金属元素種を特定する工程を含ませる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 予め既知の重金属を拡散させておいたシリコンウェーハ表面を洗浄する洗浄工程、

異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出する輝点検出工程、

該輝点の形状を顕微鏡等によって観察しておく輝点形状観察工程、

被検査用のシリコンウェーハ表面を洗浄する洗浄工程、異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出する輝点検出工程、

該輝点の形状を前記顕微鏡等によって観察する輝点形状観察工程、

前記重金属を拡散させておいたシリコンウェーハ表面における重金属に起因する輝点の形状と、前記被検査用のシリコンウェーハ表面における前記輝点の形状とを比較することにより、前記被検査用のシリコンウェーハ表面に存在する重金属元素種を特定する重金属元素種特定工程を含むことを特徴とするシリコンウェーハ表面の検査方法。

【請求項2】 前記二つの洗浄工程がSC-1 (NH_4OH 、 H_2O_2 、 H_2O 溶液による) 洗浄により構成されていることを特徴とする請求項1記載のシリコンウェーハ表面の検査方法。

【請求項3】 前記二つの洗浄工程が複数回の洗浄により構成されていることを特徴とする請求項1又は請求項2記載のシリコンウェーハ表面の検査方法。

【請求項4】 予め既知の重金属を前記シリコンウェーハ表面に拡散させる際、 $400\sim 1200^\circ\text{C}$ の温度範囲での熱処理を施すことを特徴とする請求項1～3のいずれかの項に記載のシリコンウェーハ表面の検査方法。

【請求項5】 被検査用のシリコンウェーハに対する前記洗浄工程の前に、 $400\sim 900^\circ\text{C}$ の温度範囲での熱処理を施しておくことを特徴とする請求項1～4のいずれかの項に記載のシリコンウェーハ表面の検査方法。

【請求項6】 前記 $400\sim 900^\circ\text{C}$ の温度範囲での熱処理の前に、前記シリコンウェーハ表面に存在する重金属を除去するための洗浄を行い、前記 $400\sim 900^\circ\text{C}$ の温度範囲での熱処理の後に、シリコンウェーハ表面の酸化膜を除去しておくことを特徴とする請求項5記載のシリコンウェーハ表面の検査方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウェーハ表面の検査方法に関し、より詳しくは、異物検査装置により検出される輝点を基に、汚染物質としての重金属不純物元素を特定するシリコンウェーハ表面の検査方法に関する。

【0002】

【従来の技術】シリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハにSC-1洗浄 (NH_4O

H 、 H_2O_2 、 H_2O の混合溶液を用いた洗浄) を繰り返し行った後、異物検査装置で検出される輝点の形状を、走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) や透過型電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope) 等の走査型トンネル顕微鏡 (STM: Scanning Tunneling Microscope)、あるいは原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) 等の走査型プローブ顕微鏡 (SPM: Scanning Probe Microscope) で観察する検査方法は、既に提案されている。

【0003】従来、前記異物検査装置で検出される輝点としては、シリコンウェーハ上のパーティクルとシリコンウェーハの結晶品質に起因した各種表面ピット [COP (Crystal Originated Particles)、転位等] とが知られている。このうち、前記パーティクルはシリコンウェーハ表面で凸状に観察され、前記COPはシリコンウェーハ表面で正方形 [(100) 鏡面ウェーハ] や六角形 [(111) 鏡面ウェーハ] に観察されることから、前記パーティクルや前記COPを輝点の原因とするものについてはその原因をある程度特定することができる。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、シリコンウェーハ表面近傍のバルク中に存在する各種金属不純物に起因する輝点の形状はいまだ報告されておらず、異物検査装置により検出された輝点の形状から重金属不純物の元素種類を特定することは不可能であった。異物検査装置で検出される輝点の形成原因を知ることは、ウェーハ製造工程における改善のヒントを得ることに繋がり、LSIにおける酸化絶縁膜の信頼性や少数キャリアライフタイム等の品質特性を向上させる上で重要な意味を有している。

【0005】本発明は上記課題に鑑みなされたものであって、シリコンウェーハ品質特性の劣化原因が重金属不純物にあるか否かの判定、あるいはシリコンウェーハ品質特性の劣化原因が重金属不純物にある場合はこの重金属不純物元素の種類の特定を簡易かつ迅速に行うことができるシリコンウェーハ表面の検査方法を提供することを目的としている。

【0006】

【課題を解決するための手段及びその効果】上記目的を達成するために、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(1)は、予め既知の重金属を拡散させておいたシリコンウェーハ表面を洗浄する洗浄工程、異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出する輝点検出工程、該輝点の形状を顕微鏡等によって観察しておく輝点形状観察工程、被検査用のシリコンウェーハ表面を洗浄する洗浄工程、異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出する輝点検出工程、該輝点の形状を前記顕微鏡等によって観察する輝点形状観察工程、前記重金属を拡散させておいたシリ

コンウェーハ表面における重金属に起因する輝点の形状と、前記被検査用のシリコンウェーハ表面における前記輝点の形状とを比較することにより、前記被検査用のシリコンウェーハ表面に存在する重金属元素種を特定する重金属元素種特定工程を含むことを特徴としている。

【0007】上記シリコンウェーハ表面の検査方法(1)によれば、異物検査装置により検出された輝点が、どのような重金属不純物元素に起因しているのかを簡便に且つ効率的に評価することができる。

【0008】また、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(2)は、上記シリコンウェーハ表面の検査方法(1)において、前記二つの洗浄工程がSC-1(NH_4OH 、 H_2O_2 、 H_2O 溶液による)洗浄により構成されていることを特徴としている。上記シリコンウェーハ表面の検査方法(2)によれば、前記異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出できるまでの洗浄を容易に行うことができる。

【0009】また、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(3)は、上記シリコンウェーハ表面の検査方法(1)又は(2)において、前記二つの洗浄工程が複数回の洗浄により構成されていることを特徴としている。上記シリコンウェーハ表面の検査方法(3)によれば、前記異物検査装置により前記シリコンウェーハ表面における輝点を検出できるまでの洗浄を確実なものとすることができる。

【0010】また、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(4)は、上記シリコンウェーハ表面の検査方法(1)～(3)のいずれかにおいて、予め既知の重金属を前記シリコンウェーハ表面に拡散させる際、400～1200℃の温度範囲での熱処理を施すことを特徴としている。上記シリコンウェーハ表面の検査方法(4)によれば、シリコンウェーハ表面への前記重金属の拡散を均一的、かつ確実なものとするすることができる。

【0011】また、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(5)は、上記シリコンウェーハ表面の検査方法(1)～(4)のいずれかにおいて、被検査用のシリコンウェーハに対する前記洗浄工程の前に、400～900℃の温度範囲での熱処理を施しておくことを特徴としている。上記シリコンウェーハ表面の検査方法(5)によれば、検出対象がFeのようにシリコンウェーハバルク中に原子の状態で固溶しやすい重金属であったとしても、これをシリコンウェーハバルク中に析出させて、原子の状態で固溶しやすい重金属の検出を確実なものとするすることができる。

【0012】また、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法(6)は、上記シリコンウェーハ表面の検査方法(5)において、前記400～900℃の温度範囲での熱処理の前に、前記シリコンウェーハ表面に存在する重金属を除去するための洗浄を行い、前記400～900℃の温度範囲での熱処理の後に、シリコンウェーハ

表面の酸化膜を除去しておくことを特徴としている。上記シリコンウェーハ表面の検査方法(6)によれば、シリコンウェーハバルク中に原子の状態で固溶しやすい重金属以外の重金属の影響をなくし、シリコンウェーハバルク中に原子の状態で固溶しやすい重金属の検出を、より容易なものとすることができる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法の実施の形態を説明する。予めシリコンウェーハの表面に既知の元素からなる各種重金属を含む水溶液を滴下することにより、あるいはシリコンウェーハを既知の元素からなる各種重金属を含む水溶液中に浸漬すること等により、シリコンウェーハ表面に重金属汚染を生じさせておく。次に前記シリコンウェーハに乾燥酸素又は窒素雰囲気中、400～1200℃の温度範囲で1時間程度の熱処理を施すことにより、前記重金属を該シリコンウェーハ中に拡散させ、シリコンウェーハ表面近傍のバルク中に前記重金属を析出させる。

【0014】次に前記シリコンウェーハに対して例えば($\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=1:1:5$)からなる溶液を用いたSC-1洗浄を複数回繰り返して施し、その後、異物検査装置を用いてシリコンウェーハ表面における輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させておく。次に、前記座標を基に輝点の形状をSEMあるいはAFM等を用いて観察しておく。

【0015】次に、シリコンウェーハの表面に重金属汚染処理を施していない未処理のシリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハに対し、前記SC-1洗浄を複数回繰り返して施す。その後、異物検査装置を用いて前記シリコンウェーハ表面における輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させておく。

【0016】次に、前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等を用いて観察する。そして該輝点の形状を、先に観察しておいた前記重金属汚染に起因する輝点の形状と比較し、未処理のシリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハ表面に存在する重金属汚染元素種の特定を行う。

【0017】上記方法は、シリコンウェーハ表面近傍のバルク中に欠陥を形成しているNiやCu等の重金属汚染物質の検出に極めて有効である。しかしながら、Feのようにシリコンウェーハのバルク中に原子の状態で固溶しやすい重金属に対しては、上記した方法は有効でない場合も生じる。そこで、Feのようにシリコンウェーハバルク中に原子の状態で固溶しやすい重金属の検出には以下の方法を実施する。

【0018】まず、シリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハの表面に存在する重金属を除去するための洗浄をSC-1洗浄やSC-2洗浄を用いて行い、その後、シリコンウェーハの表面にFe元素を含む水溶液を滴下することにより、あるいはシリ

コンウェーハをFe元素を含む水溶液中に浸漬すること等により、シリコンウェーハの表面にFe重金属汚染を生じさせておく。次に固溶しているFe重金属を表面近傍バルク中に析出させるため、乾燥酸素又は窒素雰囲気中、比較的低温である400～900℃の温度範囲で2時間程度の熱処理を施す。

【0019】次に前記シリコンウェーハに対して例えば(NH₄OH:H₂O₂:H₂O=1:1:5)からなるSC-1洗浄を複数回繰り返し施し、その後、異物検査装置を用いてシリコンウェーハ表面におけるFe重金属に起因する輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させておく。次に、前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等を用いて観察しておく。

【0020】次に、シリコンウェーハの表面にFe重金属汚染処理を施していない未処理のシリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハに対し、シリコンウェーハ表面上に存在する重金属を除去するための洗浄をSC-1洗浄やSC-2洗浄を用いて行う。次に、固溶しているFe重金属をシリコンウェーハ表面近傍のバルク中に析出させるため、比較的低温である400～900℃の熱処理を行う。

【0021】該シリコンウェーハ表面上に形成された酸化膜を希HF水溶液により除去した後、SC-1洗浄を複数回繰り返し施し、その後、異物検査装置を用いて輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させておく。

【0022】次に、前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等を用いて観察し、該輝点の形状を、先に観察しておいた前記Fe重金属汚染に起因する輝点の形状と比較することにより、未処理のシリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハ表面におけるFe重金属汚染の有無を確認する。

【0023】上記したシリコンウェーハ表面の検査方法を実施することにより、異物検査装置により検出された輝点が、どのような重金属不純物元素に起因するものであるかを簡便に且つ効率的に評価することができる。

【0024】

【実施例】以下、本発明に係るシリコンウェーハ表面の検査方法の実施例を説明する。結晶方位が(100)、p型、抵抗率10mΩcmのCZシリコンウェーハを使用し、該シリコンウェーハの表面にNi、CuまたはFeを含む水溶液を滴下し、その後スピン乾燥させることにより、Ni、CuまたはFeのシリコンウェーハ表面における濃度が10¹³atoms/cm²になるように、定量的に汚染させた。

【0025】次に前記シリコンウェーハに、窒素雰囲気中、1000℃の条件下で1時間の熱処理を施し、これら重金属元素をシリコンウェーハ中に拡散させ、シリコンウェーハ表面近傍のバルク中に前記重金属を析出させた。その後、前記シリコンウェーハに対し、NH₄OH

とH₂O₂とH₂Oとの配合比が(NH₄OH:H₂O₂:H₂O=1:1:5)であるSC-1洗浄を5回行った後、異物検査装置を用いて輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させた。

【0026】次に、該記憶手段に記憶させた前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等によって観察した。図1にAFMを用いて観察したNiで汚染させたシリコンウェーハ表面における輝点の形状を示す。〈110〉方向に平行、あるいは直交する方向にキズ状のピットが観察された。

【0027】図2にSEMを用いて観察したCuで汚染させたシリコンウェーハ表面における輝点の形状を示す。〈100〉方向あるいは〈110〉方向に平行、あるいは直交する方向にライン状のピットが集合的に観察された。

【0028】上記条件では、Feで汚染させたシリコンウェーハには輝点が観察されなかったため、Feで汚染させたシリコンウェーハには、前記窒素雰囲気中、1000℃の条件下での熱処理の後、さらに前記窒素雰囲気中、650℃、2時間の熱処理を施した。この後、前記SC-1洗浄を5回行い、その後、異物検査装置を用いて輝点を観察し、各輝点の座標を記憶手段に記憶させた。

【0029】次に、該記憶手段に記憶させた前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等によって観察した。図3にAFMを用いて観察したFeで汚染させたシリコンウェーハ表面における輝点の形状を示す。〈110〉方向に平行、あるいは直交する方向に棒状のピットが観察された。以上、Ni、Cu、Feの各重金属汚染元素に特有の形状を有するピットを観察することができた。

【0030】次に、その表面に重金属汚染処理を施していない未処理のシリコンエピタキシャルウェーハまたは鏡面仕上げシリコンウェーハに、異物検査装置を用いた観察で輝点が検出されるまで、前記SC-1洗浄を複数回繰り返し、その後、各輝点の座標を記憶手段に記憶させた。

【0031】次に、該記憶手段に記憶させた前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等によって観察し、該輝点の形状を前記重金属起因の輝点の既知の形状と比較することにより重金属元素種を特定した。

【0032】既知の形状と相似するピットが観察されないシリコンウェーハの場合は、該シリコンウェーハ表面上に存在する重金属を除去するための洗浄をSC-1洗浄及びSC-2洗浄を用いて行い、その後、窒素雰囲気中、400～900℃の温度範囲で2時間の熱処理を施した。次に、該シリコンウェーハの表面上に形成された酸化膜を希HF水溶液により除去し、その後、異物検査装置を用いた観察で輝点が検出されるまで、前記SC-1洗浄を複数回繰り返し、その後、各輝点の座標を記憶

手段に記憶させた。

【0033】次に、該記憶手段に記憶させた前記座標を基に、前記輝点の形状をSEMあるいはAFM等を用いて観察し、該輝点の形状を前記重金属起因の輝点の既知の形状と比較することによりFeを含む重金属元素種を特定した。

【0034】本実施例に係るシリコンウェーハ表面の検査方法を実施することにより、異物検査装置により検出された輝点が、どのような重金属不純物元素に起因するものであるかを簡便に且つ効率的に評価することができた。

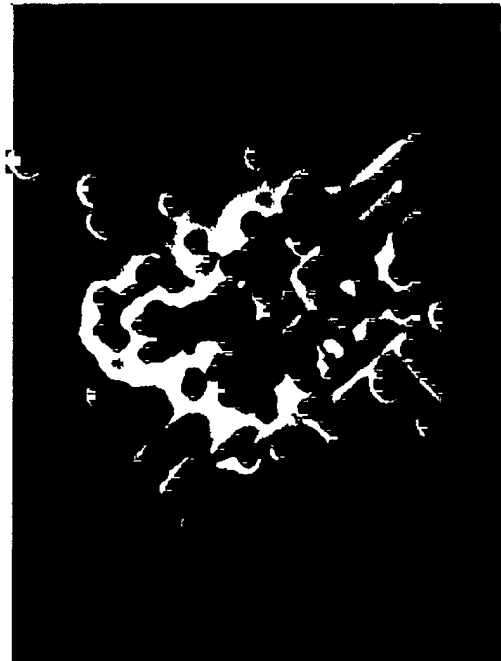
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例に係るシリコンウェーハ表面の検査方法において、シリコンウェーハ表面近傍の異物検査装置により検出したNi汚染に起因する輝点をAFMを用いて観察した顕微鏡写真である。

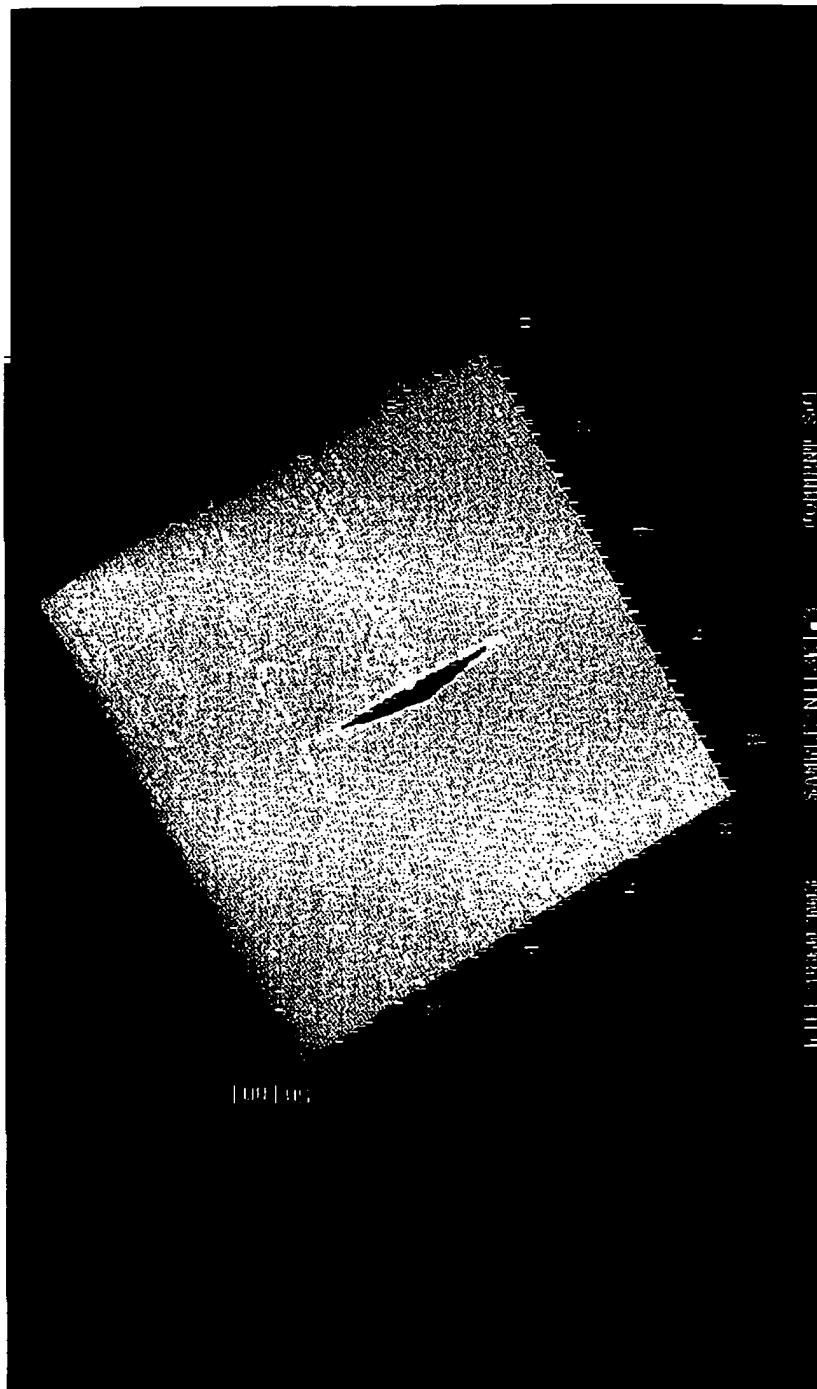
【図2】本発明の実施例に係るシリコンウェーハ表面の検査方法において、シリコンウェーハ表面近傍の異物検査装置により検出したCu汚染に起因する輝点をSEMを用いて観察した顕微鏡写真である。

【図3】本発明の実施例に係るシリコンウェーハ表面の検査方法において、シリコンウェーハ表面近傍の異物検査装置により検出したFe汚染に起因する輝点をAFMを用いて観察した顕微鏡写真である。

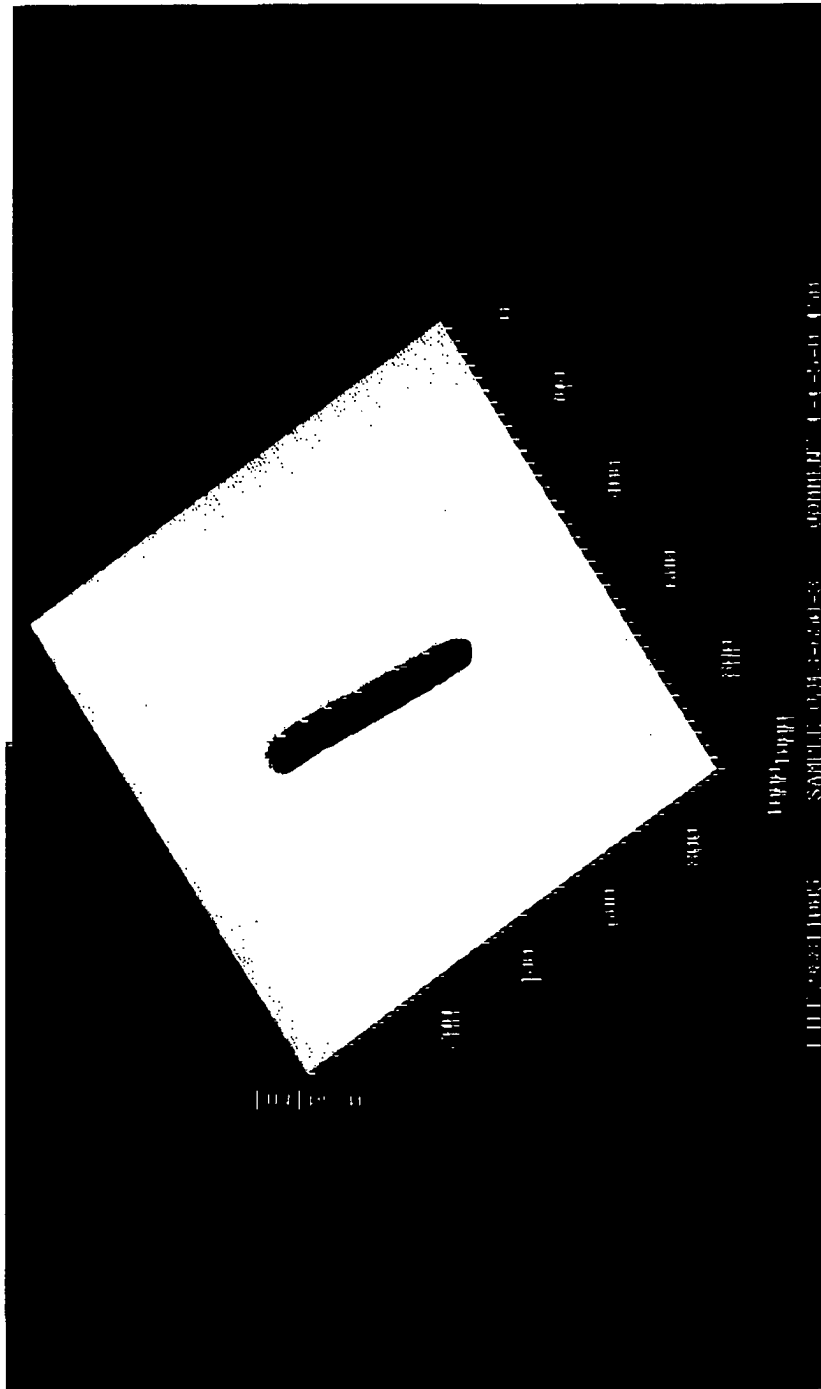
【図2】



【図1】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 北村 貴文
佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地
住友金属工業株式会社シチックス事業本部
内

(72)発明者 梁井 達朗
佐賀県杵島郡江北町大字上小田2201番地
住友金属工業株式会社シチックス事業本部
内

Fターム(参考) 2G051 AA51 AB01 AB07 AC12 AC21
CB05 CC20 EA14 FA02
4M106 AA01 BA02 BA12 BA20 CA41
CB20 DB01 DJ21